

JP 8-236021

DERWENT-ACC-NO: 1996-467907

DERWENT-WEEK: 199647

COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Wollaston prism with good durability -
has lithium-niobate or tantalate adhesive
layer contg. metal oxide, nitride or sulphide

PATENT-ASSIGNEE: OLYMPUS OPTICAL CO LTD [OLYU]

PRIORITY-DATA: 1995JP-0035256 (February 23, 1995)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE
PAGES	MAIN-IPC	
JP 08234021 A 007	September 13, 1996 G02B 005/30	N/A

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO
APPL-DATE		
JP 08234021A February 23, 1995	N/A	1995JP-0035256

INT-CL (IPC): G02B001/00, G02B005/04 , G02B005/30

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 08234021A

BASIC-ABSTRACT:

More than 50% of materials of inorganic compound consisting of metal oxide, metal nitride or metal sulphide are contained in an adhesive layer of the prism consisting of LiNbO₃ or LiTaO₃.

ADVANTAGE - The prism has excellent durability, without occurrence of total reflection of incident light due to the adhesive layer.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.1/3

DERWENT-CLASS: L03 P81

CPI-CODES: L03-D01; L03-G02;

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-234021

(43)公開日 平成8年(1996)9月13日

(51) Int.Cl. [*]	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
G 02 B	5/30		G 02 B	
	1/00		5/30	
	5/04		1/00	D
			5/04	E

審査請求 未請求 請求項の数4 O.L (全7頁)

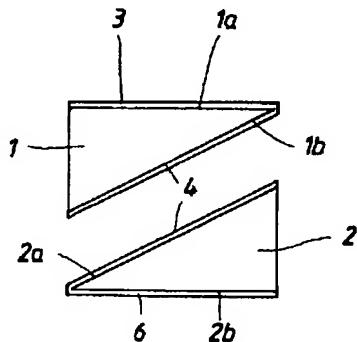
(21)出願番号	特願平7-35256	(71)出願人	000000376 オリンパス光学工業株式会社 東京都渋谷区幡ヶ谷2丁目43番2号
(22)出願日	平成7年(1995)2月23日	(72)発明者	松尾 大介 東京都渋谷区幡ヶ谷2丁目43番2号 オリ ンパス光学工業株式会社内
		(74)代理人	弁理士 奈良 武

(54)【発明の名称】 ウオラストンプリズム及びその製造方法

(57)【要約】

【目的】 高屈折率の複屈折率結晶体からなるウオラストンプリズムにおける接合層による入射光の全反射を生じさせないようにする。

【構成】 LiNbO₃またはLiTaO₃からなるプリズム1及び2の接合面1b及び2aに反射防止膜4を真空蒸着させ、その面に金属有機化合物と希釀溶液とを混合した溶液を介在させて貼り合わせ、前記溶液を加熱し反応させることにより、金属酸化物または金属窒化物または金属硫化物からなる無機化合物のいずれかの物質、あるいは前記それぞれの無機化合物を組み合わせた物質を50%以上含有する接合層を形成させる。



1, 2 プリズム

3 偏光膜

4 反射防止膜

5 接合層

6 反射防止膜

【特許請求の範囲】

【請求項1】 LiNbO_3 または LiTaO_3 からなるプリズムの接合層に金属酸化物または金属窒化物または金属硫化物からなる無機化合物のいずれかの物質、あるいは前記それぞれの無機化合物を任意に組み合わせた物質を 50% 以上含有させたことを特徴とするウオラストンプリズム。

【請求項2】 前記金属酸化物または金属窒化物または金属硫化物からなる無機化合物は TiO_2 、 ZrO_2 、 Ta_2O_5 、 WO_3 、 Bi_2O_3 、 CeO_2 、 HfO_2 、 In_2O_3 、 NdO_3 、 PbO 、 ZnO 、 Si_3N_4 、 ZnS 、 MoO_3 、 SnO_2 、 Sb_2O_3 からなることを特徴とする請求項1記載のウオラストンプリズム。

【請求項3】 前記接合層の屈折率が 1.7 以上であることを特徴とする請求項1記載のウオラストンプリズム。

【請求項4】 金属酸化物または金属窒化物または金属硫化物等の無機化合物を生成させるための金属有機化合物と希釈溶液とを混合した溶液を LiNbO_3 または LiTaO_3 からなる複数のプリズムの相互間に介在させて貼り合わせる工程と、前記溶液を加熱し反応させる工程とからなることを特徴とするウオラストンプリズムの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、光学素子として用いられる LN (LiNbO_3) または LT (LiTaO_3) ウオラストンプリズムに関する。

【0002】

【従来の技術】 従来、復屈折結晶体からなる複数のプリズムを接合して得られるウオラストンプリズムは、偏光膜や偏光板とともに用いられことで、偏光プリズムとして利用されている。この種の例としては、特開平05-181016号公報に開示された発明が知られている。同公報記載の発明によれば、ウオラストンプリズムは復屈折結晶体として人工水晶を用い、これを接着剤にて接合したものである。そして、この場合の接着剤には、組立性の良さから低粘度の紫外線硬化型接着剤が多く用いられている。一方、復屈折結晶体として用いられる材料としては、近年、 LiNbO_3 や LiTaO_3 などが人工水晶よりも屈折率が高いことで、有望視されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、屈折率としては人工水晶が 1.46、接着剤が 1.4~1.6 で、人工水晶と接着剤との屈折率がほぼ等しいことから界面の反射が殆どなく、また接着剤の屈折率が人工水晶と多少異なっていても、人工水晶の接合面に反射防止コーティングを施すことで、反射を減らすことが可能であるが、 LiNbO_3 や LiTaO_3 の屈折率が 2.0 以上のために、通常用いる接着剤と屈折率が大きく異なり、界

面の反射を無視することができない。

【0004】 また、このような場合に反射防止コートを用いることにより垂直の入射光を防ぐことができても、斜めに入射する光の反射は防ぐことができないため全反射してしまうことになる。従って、全反射を防ぐためには、入射角にもよるが屈折率で 1.7 から 1.8 以上と極めて高い屈折率の接着剤が必要であるが、通常の接着剤ではそのような屈折率を得ることが困難である。

【0005】 よって本発明は前記問題点に鑑みてなされたものであり、接合層による入射光の全反射を起こさない高屈折率の復屈折結晶体からなるウオラストンプリズム及びその製造方法の提供を目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】 上記目的を達成するため、本発明ウオラストンプリズムは、 LiNbO_3 または LiTaO_3 からなるプリズムの接合層に金属酸化物または金属窒化物または金属硫化物からなる無機化合物のいずれかの物質、あるいは前記それぞれの無機化合物を任意に組み合わせた物質を 50% 以上含有させた。また、前記金属酸化物または金属窒化物または金属硫化物からなる無機化合物は TiO_2 、 ZrO_2 、 Ta_2O_5 、 WO_3 、 Bi_2O_3 、 CeO_2 、 HfO_2 、 In_2O_3 、 NdO_3 、 PbO 、 ZnO 、 Si_3N_4 、 ZnS 、 MoO_3 、 SnO_2 、 Sb_2O_3 であり、前記接合層の屈折率は 1.7 以上である。

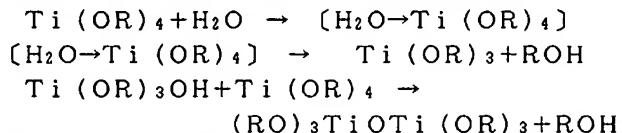
【0007】 このウオラストンプリズムの製造方法としては、金属酸化物または金属窒化物または金属硫化物等の無機化合物を生成させるための金属有機化合物と希釈溶液とを混合した溶液を LiNbO_3 または LiTaO_3 からなる複数のプリズムの相互間に介在させて貼り合わせた後、前記溶液を加熱し反応させて無機化合物を 50% 以上含有した接合層を形成させるものである。

【0008】

【作用】 本発明によれば、請求項1から3に係る作用として、 TiO_2 、 ZrO_2 、 Ta_2O_5 、 WO_3 、 Bi_2O_3 、 CeO_2 、 HfO_2 、 In_2O_3 、 NdO_3 、 PbO 、 ZnO 、 Si_3N_4 、 ZnS 、 MoO_3 、 SnO_2 、 Sb_2O_3 からなる無機化合物は屈折率が 1.7 以上有りプリズム素材の屈折率に近いため全反射を起こさないとともに、温度や湿度による影響が少なく、例えば線膨張係数は通常の有機合成接着剤に比べてプリズム素材に極めて近いため、温度変化があつても高い耐久性を維持することができる。このことから、これらの無機化合物の中から設計的に必要な屈折率を持つものを選んで用いることによりプリズム入射光の全反射を防ぐことが可能になる。

【0009】 請求項4に係る作用としては、接合層に用いる金属有機化合物のうち、アルコキシド、アルカリ金属塩などは、ゾルゲル法により金属酸化物を得るために原料として用いられる。例えば、アルコキシドチタンは

適当な溶媒で希釈し、適当な環境下に保持すると次に示すような化学反応を起こし、加水分解、縮合反応を繰り*



【0010】上記のような性質を利用して、金属酸化物のバルクや機能性薄膜を製造する試みは、多くの論文や文献等で報告されているが、接合層のように密閉された空間に金属酸化物を形成する技術は示唆されていない。これは密閉状態では、溶剤や脱水、脱アルコール反応により生じた水、アルコールなどを除去することが困難と考えられるからである。

【0011】しかし、銳意研究の結果、これらの基本技術を応用し、固体間に接合した状態で金属酸化物等の無機化合物を形成する方法を確立することができた。この場合に重要な点は、アルキル基の選択や溶媒の種類、希釈濃度、加熱条件、湿度条件などを適切に選ぶことである。

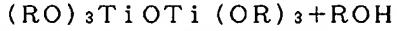
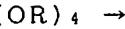
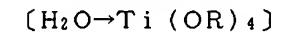
【0012】使用する材料としては、有機金属化合物として各社から販売されており、そのうち、Ti、Zr、Ta、W、Bi、Ce、Hf、In、Nd、Pb、Zn等のアルコレートやキレート、アシレートが生成物の屈折率の高さから有効である。また、シラザン(Si有機化合物)、ボラザン(B有機化合物)等を出発原料として窒素雰囲気で反応させてSi₃N₄、BNを得るのも良い。

【0013】加熱条件としては、溶剤希釈したアルコキシドが出発原点になるため、脱溶剤、脱水のために充分な時間と、遅い昇温速度または多段階の加熱が必要である。もし、いきなり高温で加熱すると、溶剤や有機成分が急激にガス化及び突沸するために接合層が破壊され、剥離が発生してしまう。従って、最終温度としては、500~900°Cでほぼ無機膜となり、極めて高い屈折率を示すことが判っている。しかし、それよりも低い温度でも若干有機成分が残存するため屈折率は若干低い値を示すが、所望の屈折率以上の値になるように加熱温度を選べばよい。

【0014】なお、この場合、接合層の化学有効範囲での無機成分の含有量が30%以上100%未満が望ましく、より望ましくは50%以上80%未満である。これは30%未満では充分に屈折率を高めることができず、50%未満では原料の選択により屈折率が左右され、80%以上では接合層の硬化収縮が大きく、接合層の破壊や剥離が発生しやすいからである。勿論有効範囲以外は無機成分の含有率は特に制限されない。

【0015】必要な温度はアルコキシドのアルキル基の大きさや、無機元素によって反応性が異なるが、一般的にアルキル基が小さいほど反応性が高く、無機濃度が高いため、より低い温度を選択することができる。この場

*返して無定形酸化チタンを生成する。なお次式中のRはアルキル基を示す。



※合、他の部材に対する影響を減らすことができるため、実用的にはより優れているといえる。

【0016】

10 【実施例】以下、本発明の各実施例を図1から図3を用いて具体的に説明する。図1は本発明のウォラストンプリズム素材の構成を示す図、図2はウォラストンプリズムの側面図、図3はウォラストンプリズムの斜視図である。

【0017】

【実施例1】本実施例のウォラストンプリズムは、図2及び図3に示すようにLiNbO₃(LN製)のプリズム1及び2が接合層5を介して接合されたものであり、プリズム1の面1aには偏光膜3を、またプリズム1及びプリズム2の面1b及び面2aには反射防止膜4を表1及び表2のような構成で真空蒸着にて形成している。なお、本実施例においてはプリズム2の面2bには反射防止膜6を形成していない。

20 【0018】このウォラストンプリズムの製造方法としては、反射防止膜4を形成したLN製プリズム2の面2aに対してTiアルコキシドからなるアトロンNTi-500(日本曹達KK製)溶液を適量に滴下し、その面上にLN製プリズム1の面1bを重ね合わせる。次に、プリズム全体を50°C、100°C、200°C、400°Cの30それぞれの温度にて段階的に3時間づつ加熱し、その後に12時間かけて室温まで徐冷する。これにより接合層5の主成分をTiO₂にて形成したウォラストンプリズムが完成される。

【0019】前記の製造工程における接合層5の加熱による化学的反応を説明すると、Tiアルコキシドは塗布、加熱により加水分解するとともに重合してTiO₂を生成する。この化学反応において加熱温度が500°C~800°Cの範囲では90%以上の純度となるが、それより低い温度では有機物が残存するので純度が低くなる。これによりTiO₂より低い屈折率の接合層となる。この接合層は、光が斜めに入射するために1.8以上の屈折率が要求されるが、本実施例の材料の場合は400°C以上の加熱で1.8以上の屈折率を得ることが可能である。これにより形成した接合層の無機成分(TiO₂)含有率は反射特性から推定して約50%であることが判明した。なお、LNの接合面に反射防止膜を形成させることは接合面での反射を低減するのに有効である。

【0020】本実施例によれば、接合層において入射光の全反射が起こらないとともに、温度や湿度等の環境変

5

化によって劣化その他の性能変化を起こさない。これにより性能及び耐久性に極めて優れたLNウオラストンプリズムを得ることができる。

*

*【0021】
【表1】

6

	屈折率(nd)	光学的薄膜(nm)
基板	2.24	—
SiO ₂	1.46	551
TiO ₂	2.25	166
SiO ₂	1.46	183
TiO ₂	2.25	166
SiO ₂	1.46	95
TiO ₂	2.25	198
SiO ₂	1.46	238
TiO ₂	2.25	260
SiO ₂	1.46	265
TiO ₂	2.25	285
SiO ₂	1.46	192

【0022】

【表2】

	屈折率(nd)	光学的薄膜(nm)
基板	2.24	—
ZT	2.03	330

ZT : ZrO₂ + Ta₂O₅ (9:1重量比)

【0023】

【実施例2】本実施例の場合はLiNbO₃(LN製)のプリズム1及び2において、プリズム1の面1aには偏光膜3を、またプリズム1及びプリズム2の面1b及び面2aには反射防止膜4を、プリズム2の面2bには反射防止膜6を表1、表2及び表3のような構成で真空蒸着にて形成している。

【0024】この場合のウオラストンプリズムの製造方法としては、反射防止膜4を形成したLN製プリズム2の面2aに対してテトラ-*n*-ブトキシチタン(TBT)溶液を適量に滴下し、その面にLN製プリズム1の面1bを重ね合わせる。次に、プリズム全体を室温から200°Cまで、2時間かけて昇温し、その後に16時間かけて室温まで徐冷する。これにより主成分がTiO₂の接合層5を形成したウオラストンプリズムが完成される。

【0025】前記の製造工程における接合層5の加熱による化学的反応を説明すると、Tiアルコキシドは塗布、加熱により加水分解するとともに重合してTiO₂を生成する。この化学反応において加熱温度が500°C～800°Cの範囲では90%以上の純度となるが、それより低い温度では有機物が残存するので純度が低くな

40

【0029】

【実施例3】本実施例の場合は、LiNbO₃製(LN製)のプリズム1及び2において面1aに偏光膜3を、

	屈折率(nd)	光学的薄膜(nm)
基板	2.24	—
SiO ₂	1.46	369
TiO ₂	2.25	330
SiO ₂	1.46	353
TiO ₂	2.25	475
SiO ₂	1.46	270

またプリズム1及びプリズム2の面1b及び面2aには反射防止膜4を、プリズム2の面2bには反射防止膜6を表1、表2及び表3のような構成で真空蒸着にて形成している。

【0030】この場合のウォラストンプリズムの製造方法としては、反射防止膜4を形成したLN製プリズム2の面2aに対してテトラーn-ブトキシチタン(TBT)の10量体からなる「B-10」(日本曹達KK製)をn-ヘキサンで5%wtに希釈した溶液を適量に滴下し、その面にLN製プリズム1の面1bを重ね合わせる。次に、プリズム全体を室温から50°C30分、50°Cから200°Cまで8時間かけて昇温し、その後に16時間かけて室温まで徐冷する。これにより接合層5の主成分がTiO₂にて形成したウォラストンプリズムが完成される。

【0031】前記の製造工程における接合層5の加熱による化学的反応を説明すると、Tiアルコキシドは塗布、加熱により加水分解するとともに重合してTiO₂を生成する。この化学反応において加熱温度が500°C~800°Cの範囲では90%以上の純度となるが、それより低い温度では有機物が残存するので純度が低くなる。これによりTiO₂より低い屈折率の接合層となる。本実施例では実施例2において用いたテトラーn-ブトキシチタンのポリマーである10量体を用いたため反応性が若干抑えられやすく、またアルキル基の含有率がTBTよりさらに小さいため、残存する有機物が少なく、従って低温で高い屈折率を得ることができる。またこのような物質は反応性が高いため、特に低温での反応には有利である。

【0032】この接合層は、光が斜めに入射するために1.7以上の屈折率が要求されるが、本実施例の材料の場合は200°C以上の加熱で1.7以上の屈折率を得ることが可能である。なお、LNの接合面には必要に応じて反射防止膜を形成させることが有効である。

【0033】本実施例によれば、接合層において入射光の全反射が起こらないとともに、温度や湿度等の環境変化によって劣化その他の性能変化を起こさない。これにより性能及び耐久性に極めて優れたLNウォラストンプリズムを得ることができる。

【0034】

【実施例4】本実施例では、LiTaO₃製(LT製)のプリズム1及び2を用い、プリズム1の面1aに偏光膜3を表1の構成で真空蒸着し、接合層にはTa₂O₅を主成分とする層を形成している。なお、本実施例の場合はプリズム1及び2の面1b及び2aの面に反射防止膜4、及びプリズム2の面6に反射防止膜6を形成していない。

【0035】この場合のウォラストンプリズムの製造方法としては、LT製プリズム2の面2aに対してTaアルコキシドからなる「アトロンNTa-750」(日本

曹達KK製)溶液を適量に滴下し、その面にLT製プリズム1の面1bを重ね合わせる。次に、プリズム全体を室温30分、50°C30分、100°Cから400°Cまで8時間かけて昇温し、その後に16時間かけて室温まで徐冷する。これにより接合層5の主成分をTa₂O₅にて形成したウォラストンプリズムが完成される。

【0036】前記の製造工程における接合層5の加熱による化学的反応を説明すると、Taアルコキシドは塗布、加熱により加水分解するとともに重合してTa₂O₅を生成する。この化学反応において加熱温度が500°C~800°Cの範囲では90%以上の純度となるが、それより低い温度では有機物が残存するので純度が低くなる。これによりTa₂O₅より低い屈折率の接合層となる。

【0037】この接合層は、光が斜めに入射するために1.7以上の屈折率が要求されるが、本実施例の材料の場合は300°C以上の加熱で1.7以上の屈折率を得ることが可能である。なお、本実施例ではプリズムに接合剤と同じTaが含まれているため、より密着力が高まること。

【0038】本実施例によれば、接合層において入射光の全反射が起こらないとともに、温度や湿度等の環境変化によって劣化その他の性能変化を起こさない。これにより性能及び耐久性に極めて優れたLNウォラストンプリズムを得ることができる。

【0039】

【実施例5】本実施例では、LiNbO₃製(LN製)のプリズム1及び2を用い、プリズム1の面1aに偏光膜3を、プリズム1及び2の面1b及び2aには反射防止膜4を、プリズム2の面2aには反射防止膜6を表1、2、3の構成で真空蒸着し、接合層にはZrO₂を主成分とする層を形成している。

【0040】この場合のウォラストンプリズムの製造方法としては、反射防止膜4を形成したLN製プリズム2の面2aに対してZrアルコキシドからなる「アトロンNZr」(日本曹達KK製)溶液を適量に滴下し、その面にLN製プリズム1の面1bを重ね合わせる。次に、プリズム全体を室温30分、50°C3時間、100°Cから500°Cまで10時間かけて昇温し、その後に16時間かけて室温まで徐冷する。これにより接合層5の主成分がZrO₂にて形成したウォラストンプリズムが完成される。

【0041】前記の製造工程における接合層5の加熱による化学的反応を説明すると、Zrアルコキシドは塗布、加熱により加水分解するとともに重合してZrO₂を生成する。この化学反応において加熱温度が500°C~800°Cの範囲では90%以上の純度となるが、それより低い温度では有機物が残存するので純度が低くなる。これによりZrO₂より低い屈折率の接合層となる。

【0042】この接合層は、光が斜めに入射するために1.7以上の屈折率が要求されるが、ZrO₂の屈折率が約2.0のため400°C以上の加熱が必要である。なお、本実施例ではLNの接合面に反射防止膜4を形成させているが、これは必要に応じて施工することも有効である。

【0043】本実施例によれば、接合層において入射光の全反射が起こらないとともに、温度や湿度等の環境変化によって劣化その他の性能変化を起こさない。これにより性能及び耐久性に極めて優れたLNウォラストンプリズムを得ることができる。

【0044】

【実施例6】本実施例では、LiNbO₃製(LN製)のプリズム1及び2を用い、プリズム1の面1aに偏光膜3を、プリズム1及び2の面1b及び2aには反射防止膜4を、プリズム2の面2aには反射防止膜6を表1、2、3の構成で真空蒸着し、接合層にはSi₃N₄を主成分とする層を形成している。

【0045】この場合のウォラストンプリズムの製造方法としては、反射防止膜4を形成したLN製プリズム2の面2aに対してペルヒドロポリシラザンからなる「PHP-2」(KK東燃製)溶液を適量に滴下し、その面上にLN製プリズム1の面1bを重ね合わせる。次に、プリズム全体を室温30分、50°C3時間、100°Cから400°Cまで10時間かけて昇温し、その後に16時間かけて室温まで徐冷する。これにより接合層5の主成分がSi₃N₄にて形成したウォラストンプリズムが完成される。

【0046】前記の製造工程における接合層5の加熱による化学的反応を説明すると、シラザンは塗布、加熱により重合無機化が進み、酸素雰囲気ではSiO₂、窒素雰囲気ではSi₃N₄(窒化シリコン)を生成する。本実施例では屈折率の高い窒化シリコンを生成する必要があるため、加熱を窒素雰囲気で行った。

【0047】本実施例によれば、接合層において入射光の全反射が起こらないとともに、温度や湿度等の環境変化によって劣化その他の性能変化を起こさない。これにより性能及び耐久性に極めて優れたLNウォラストンプリズムを得ることができる。

【0048】

【実施例7及び8】本実施例では、LiNbO₃製(LN製)のプリズム1及び2を用い、プリズム1の面1aに偏光膜3を、プリズム1及び2の面1b及び2aには反射防止膜4を、プリズム2の面2aには反射防止膜6を表1、2、3の構成で真空蒸着し、接合層にはZnS(硫化亜鉛)またはSb₂O(酸化アンチモン)を主成分とする層を形成している。

【0049】この場合のウォラストンプリズムの製造方法としては、反射防止膜4を形成したLN製プリズム2の面2aに対してZnSあるいはSb₂Oを膜や粉体の状態でプリズム1及び2間に載置し、ZnSあるいはSb₂Oの融点まで加熱してプリズム1及び2を融着させる。なお、このZnSあるいはSb₂OはLNのキュリーポイント(約1100°C)に比べて融点が極めて低いのでこのような方法を探ることができる。他の材料でも融点がLN、LTのうち使用するプリズムのキュリーポイント以下の材料で屈折率の高い無機化合物であれば同様な作用があることはいうまでもない。このような物質としては他に、SnO₂(融点約600°C、屈折率2.0)、MoO₃(融点約800°C、屈折率1.9)等がある。

【0050】この場合、接合物質は反応や有機物の脱離に伴う収縮を起こさず、また有機物を含んでいないため、安定性及び耐久性が高いといえる。なお、前記に物質同士を混合したり、他の物質を、融点が高くなり過ぎず、安定性を損なわず、屈折率を下げ過ぎない程度に混合することが可能であることはいうまでもない。

【0051】本実施例によれば、接合層において入射光の全反射が起こらないとともに、温度や湿度等の環境変化によって劣化その他の性能変化を起こさない。これにより性能及び耐久性に極めて優れたLNウォラストンプリズムを得ることができる。

【0052】

【発明の効果】本発明によれば、高屈折率結晶を用いたプリズムの接合層に、高屈折率の物質を用いたため、接合層において入射光の全反射を起こさないとともに、接合層が安定しているので温度や湿度等の環境変化によって劣化その他の性能変化を起こさない。これにより性能及び耐久性に極めて優れたLNまたはLTウォラストンプリズムを得ることができる。

【0053】ウォラストンプリズムの製造方法においては、金属有機化合物を原料として接合層を形成することが可能なため低温で高い屈折率で、かつ温度や湿度等の環境変化に対して安定した接合層を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のウォラストンプリズムの構成を示す図。

40 【図2】ウォラストンプリズムの側面図。

【図3】ウォラストンプリズムの斜視図。

【符号の説明】

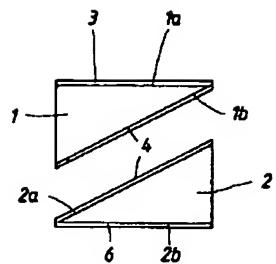
1, 2 プリズム

3 偏光膜

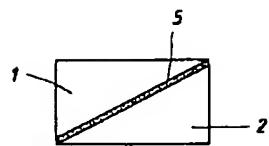
4, 6 反射防止膜

5 接合層

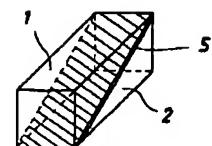
【図1】



【図2】



【図3】



1, 2 プリズム

3 偏光膜

4 反射防止膜

5 接合層

6 反射防止膜

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] this invention relates to LN (LiNbO₃) or LT (LiTaO₃) Wollaston prism used as an optical element.

[0002]

[Description of the Prior Art] Conventionally, the Wollaston prism which joins two or more prism which consists of a ***** crystalline, and is obtained is used with a polarization film or a polarizing plate, are things and is used as a polarizing prism. Invention indicated by JP,05-181016,A is known as this kind of an example. According to invention given [this] in an official report, a Wollaston prism joins this with adhesives, using a synthetic rock crystal as a ***** crystalline. And many ultraviolet-rays hardening type adhesives of hypoviscosity are used for the adhesives in this case from the goodness of assembly nature. On the other hand, as a material used as a ***** crystalline, LiNbO₃, LiTaO₃, etc. are that a refractive index is higher than a synthetic rock crystal, and promising ** is carried out in recent years.

[0003]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, as a refractive index, a synthetic rock crystal is 1.46 and adhesives are 1.4-1.6. Although it is possible to reduce reflection by giving acid-resisting coating to the plane of composition of a synthetic rock crystal even if there is almost no reflection of an interface and the refractive index of adhesives differs from the synthetic rock crystal somewhat, since the refractive index of a synthetic rock crystal and adhesives is almost equal Since a refractive index is 2.0 or more, the adhesives and the refractive index which are usually used differ from each other greatly, and neither LiNbO₃ nor LiTaO₃ can disregard reflection of an interface.

[0004] Moreover, even if it can prevent a perpendicular incident light by using an acid-resisting coat in such a case, since it cannot protect, total reflection of the reflection of light which carries out incidence aslant will be carried out. Therefore, although are based also on an incident angle and the adhesives of 1.7 to 1.8 or more and a very high refractive index are required of a refractive index in order to prevent total reflection, it is difficult to obtain such a refractive index with the usual adhesives.

[0005] Therefore, this invention aims at offer of the Wollaston prism which is made in view of the aforementioned trouble and consists of a ***** crystalline of a high refractive index which does not cause the total reflection of the incident light by the junction layer, and its manufacture method.

[0006]

[Means for Solving the Problem] In order to attain the above-mentioned purpose, this invention Wollaston prism made one matter of the inorganic compounds which become the junction layer of the prism which consists of LiNbO₃ or LiTaO₃ from a metallic oxide, a metal nitride, or metallic sulfide, or the matter which combined the inorganic compound of each above arbitrarily contain 50% or more. Moreover, the inorganic compounds which consist of the aforementioned metallic oxide, a metal nitride, or metallic sulfide are TiO₂, ZrO₂, Ta 2O₅, WO₃ and Bi 2O₃, CeO₂, HfO₂ and In 2O₃, NdO₃, PbO and ZnO, Si3N₄, and ZnS, MoO₃, SnO₂ and Sb 2O₃, and the refractive index of the aforementioned junction layer is 1.7 or more.

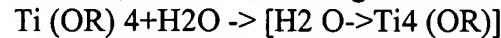
[0007] After making the solution which mixed the metal organic compound and diluted solution for making inorganic compounds, such as a metallic oxide, a metal nitride, or metallic sulfide, generate as the manufacture method of this Wollaston prism intervene between two or more prism which consists of LiNbO₃ or LiTaO₃ and sticking it, the junction layer which heat the aforementioned solution, it was made to react and contained the inorganic compound 50% or more is made to form.

[0008]

[Function] According to this invention, as an operation concerning claims 1-3 TiO₂, ZrO₂, Ta 2O₅, WO₃ and Bi 2O₃, CeO₂, HfO₂ and In 2O₃, NdO₃, PbO, Since the inorganic compound which consists of ZnO, Si3N₄, and ZnS, MoO₃, SnO₂ and Sb 2O₃ has a refractive index close to the refractive index of a prism material with 1.7 or more, while not causing total reflection That there is little influence by temperature or humidity, since it is very close to a prism material

compared with the usual organic synthesis adhesives, even if coefficient of linear expansion has a temperature change, it can maintain high endurance. It becomes possible to protect the total reflection of a prism incident light from this by choosing and using a thing with a refractive index required in design out of these inorganic compounds.

[0009] As an operation concerning a claim 4, an alkoxide, an alkali-metal salt, etc. are used among the metal organic compounds used for a junction layer as a raw material for obtaining a metallic oxide by the sol gel process. For example, alkoxide titanium is diluted with a suitable solvent, if it is held under suitable environment, it will cause a chemical reaction as shown below, it repeats hydrolysis and a condensation reaction, and generates amorphous titanium oxide. In addition, R in the following formula shows an alkyl group.



[$\text{H}_2\text{O}-\text{Ti}_4(\text{OR})$] $\rightarrow \text{Ti}(\text{OR})_3 + \text{ROH}$ $\text{Ti}(\text{OR})_3 + \text{OH} \rightarrow (\text{RO})_3\text{TiOTi}(\text{OR})_3 + \text{ROH}$ [0010] Although the attempt which manufactures bulk and the functional thin film of a metallic oxide is reported by many papers, reference, etc. using the above properties, the technology which forms a metallic oxide in the space sealed like a junction layer is not suggested. It is because it is thought that this is difficult to remove a solvent, dehydration, the water produced by the dealcoholization reaction, alcohol, etc. in the state of sealing.

[0011] However, wholeheartedly, as a result of research, such basic technology was able to be applied and the method of forming inorganic compounds, such as a metallic oxide, in the state where it joined between solid-states was able to be established. In this case, an important point is choosing appropriately selection of an alkyl group, the kind of solvent, dilution concentration, heating conditions, humidity conditions, etc.

[0012] As a material to be used, it is sold from each company as an organometallic compound, among those alcoholate and chelates, such as Ti, Zr, Ta, W, Bi, Ce, Hf, In, Nd, Pb, and Zn, and a reed rate are effective from the height of the refractive index of a product. moreover, it reacts by nitrogen-gas-atmosphere mind by using a silazane (Si organic compound), BORAZAN (B organic compound), etc. as a start raw material -- making -- Si₃ -- it is also good to obtain N₄ and BN

[0013] Since the alkoxide which carried out solvent dilution becomes a start zero as heating conditions, a late programming rate or a multi-stage story needs time sufficient for desolvantization and dehydration, and to be heated. If it heats at an elevated temperature suddenly, in order that a solvent and an organic component may gasify and bump rapidly, a junction layer will be destroyed, and ablation will occur. Therefore, as terminal temperature, it becomes an inorganic film mostly at 500-900 degrees C, and it turns out that a very high refractive index is shown. However, what is necessary is just to choose heating temperature so that it may become a value more than a desired refractive index although a refractive index shows a low value a little since an organic component remains a little also at low temperature rather than it.

[0014] In addition, less than 100% 30% or more has the desirable content of the mineral constituent in the chemistry scope of a junction layer in this case, and it is less than 80% 50% or more more desirably. At less than 30%, a refractive index cannot fully be raised, but a refractive index is influenced by selection of a raw material at less than 50%, and this has large hardening contraction of a junction layer at 80% or more, and is because it is easy to generate destruction and exfoliation of a junction layer. Of course, especially the content of a mineral constituent is not restricted other than a scope.

[0015] Although reactivity changes with the sizes and the inorganic elements of an alkyl group of an alkoxide, required temperature has so high that an alkyl group is generally small reactivity, and since inorganic concentration is high, it can choose lower temperature. In this case, since the influence to other members can be reduced, it can be said that it excels more practical.

[0016]

[Example] Hereafter, each example of this invention is concretely explained using drawing 3 from drawing 1. The side elevation of a Wollaston prism and drawing 3 of drawing in which drawing 1 shows the composition of the Wollaston prism material of this invention, and drawing 2 are the perspective diagrams of a Wollaston prism.

[0017]

[Example 1] as shown in drawing 2 and drawing 3, the prism 1 and 2 of LiNbO₃ (product made from LN) joins the Wollaston prism of this example through the junction layer 5 -- having -- field 1a of prism 1 -- the polarization film 3 -- moreover, the antireflection film 4 is formed in field 1b of prism 1 and prism 2, and field 2a with vacuum deposition with composition as shown in Table 1 and 2 In addition, the antireflection film 6 is not formed in field 2b of prism 2 in this example.

[0018] ATORON NTi-500 (product made from Nippon Soda KK) solution which consists of a Ti alkoxide as the manufacture method of this Wollaston prism to field 2a of the prism 2 made from LN in which the antireflection film 4 was formed is dropped at a proper quantity, and field 1b of the prism 1 made from LN is laid on top of the field. Next, the whole prism is gradually heated by a unit of 3 hour at each temperature of 50 degrees C, 100 degrees C, 200 degrees C, and 400 degrees C, and it cools slowly to a room temperature over 12 hours after that. The Wollaston prism which formed the principal component of the junction layer 5 in TiO₂ by this is completed.

[0019] If the chemical reaction by heating of the junction layer 5 in the aforementioned manufacturing process is explained, the polymerization of it will be carried out and Ti alkoxide will generate TiO₂ while understanding it an added water part by an application and heating. Although heating temperature turns into 90% or more of purity in this chemical reaction in the range which is 500 degrees C - 800 degrees C, since the organic substance remains at low temperature from it, purity becomes low. This becomes the junction layer of a low refractive index from TiO₂. Although 1.8 or more refractive indexes are required in order that light may carry out incidence of this junction layer aslant, in the case of the material of this example, it is possible to obtain 1.8 or more refractive indexes by heating of 400 degrees C or more. The mineral-constituent (TiO₂) content of the junction layer which this formed was presumed from the reflection property, and that it is about 50% made it clear. In addition, it is effective in reduction ****'s in reflection by the plane of composition to make an antireflection film form in the plane of composition of LN.

[0020] According to this example, while the total reflection of an incident light does not happen in a junction layer, performance change of degradation and others is not caused by environmental variations, such as temperature and humidity. LN Wollaston prism which was extremely excellent in a performance and endurance by this can be obtained.

[0021]

[Table 1]

	屈折率(nd)	光学的薄膜(nm)
基板	2. 24	—
S i O ₂	1. 46	551
T i O ₂	2. 25	166
S i O ₂	1. 46	183
T i O ₂	2. 25	166
S i O ₂	1. 46	95
T i O ₂	2. 25	198
S i O ₂	1. 46	238
T i O ₂	2. 25	260
S i O ₂	1. 46	265
T i O ₂	2. 25	285
S i O ₂	1. 46	192

3回繰り返し

3回繰り返し

4回繰り返し

4回繰り返し

[0022]

[Table 2]

	屈折率(nd)	光学的薄膜(nm)
基板	2. 24	—
Z T	2. 03	330

Z T : Z r O₂ + T a₂ O₅ (9 : 1 重量比)

[0023]

[Example 2] the case of this example -- the prism 1 and 2 of LiNbO₃ (product made from LN) -- setting -- field 1a of prism 1 -- the polarization film 3 -- moreover, the antireflection film 6 is formed in field 1b of prism 1 and prism 2, and field 2a with composition as shown in Table 1, 2, and 3, and the antireflection film 4 is formed in field 2b of prism 2 with vacuum deposition

[0024] As the manufacture method of the Wollaston prism in this case, a tetra-n-butoxytitanium (TBT) solution is dropped at optimum dose to field 2a of the prism 2 made from LN in which the antireflection film 4 was formed, and field 1b of the prism 1 made from LN is laid on top of the field. Next, the temperature up of the whole prism is carried out over 2 hours from a room temperature to 200 degrees C, and it cools slowly to a room temperature over 16 hours after that. The Wollaston prism in which the principal component formed the junction layer 5 of TiO₂ by this is completed.

[0025] If the chemical reaction by heating of the junction layer 5 in the aforementioned manufacturing process is explained, the polymerization of it will be carried out and Ti alkoxide will generate TiO₂ while understanding it an added water part by an application and heating. Although heating temperature turns into 90% or more of purity in this chemical reaction in the range which is 500 degrees C - 800 degrees C, since the organic substance remains at low temperature from it, purity becomes low. This becomes the junction layer of a low refractive index from TiO₂. At this example, the

organic substance which remains since the matter with a small alkyl group is used for the start raw material can obtain a high refractive index at low temperature few therefore. Moreover, since such matter has high reactivity, it is advantageous to the reaction in low temperature.

[0026] Although 1.7 or more refractive indexes are required in order that light may carry out incidence of this junction layer aslant, in the case of the material of this example, it is possible to obtain 1.7 or more refractive indexes by heating of 200 degrees C or more. In addition, when the reactivity of TBT is too high, working under nitrogen-gas-atmosphere mind is effective.

[0027] According to this example, while the total reflection of an incident light does not happen in a junction layer, performance change of degradation and others is not caused by environmental variations, such as temperature and humidity. LN Wollaston prism which was extremely excellent in a performance and endurance by this can be obtained.

[0028]

[Table 3]

	屈折率(nd)	光学的薄膜(nm)
基板	2. 24	—
S i O ₂	1. 46	369
T i O ₂	2. 25	330
S i O ₂	1. 46	353
T i O ₂	2. 25	475
S i O ₂	1. 46	270

[0029]

[Example 3] the case of this example -- the prism 1 and 2 made from LiNbO₃ (product made from LN) -- setting -- field 1a -- the polarization film 3 -- moreover, the antireflection film 6 is formed in field 1b of prism 1 and prism 2, and field 2a with composition as shown in Table 1, 2, and 3, and the antireflection film 4 is formed in field 2b of prism 2 with vacuum deposition

[0030] The solution which diluted with n-hexane to wt "B-10" (product made from Nippon Soda KK) which consists of 10 **** of tetra-n-butoxytitanium (TBT) as the manufacture method of the Wollaston prism in this case to field 2a of the prism 2 made from LN in which the antireflection film 4 was formed 5% is dropped at optimum dose, and field 1b of the prism 1 made from LN is laid on top of the field. Next, the temperature up of the whole prism is carried out from a room temperature over 8 hours for 50-degree-C 30 minutes from 50 degrees C to 200 degrees C, and it is annealed to a room temperature over 16 hours after that. The Wollaston prism which the principal component of the junction layer 5 formed in TiO₂ by this is completed.

[0031] If the chemical reaction by heating of the junction layer 5 in the aforementioned manufacturing process is explained, the polymerization of it will be carried out and Ti alkoxide will generate TiO₂ while understanding it an added water part by an application and heating. Although heating temperature turns into 90% or more of purity in this chemical reaction in the range which is 500 degrees C - 800 degrees C, since the organic substance remains at low temperature from it, purity becomes low. This becomes the junction layer of a low refractive index from TiO₂. At this example, the organic substance which reactivity is easy to suppress a little since 10 **** which are the polymer of the tetra-n-butoxytitanium used in the example 2 were used, and remains since the content of an alkyl group is still smaller than TBT can obtain a high refractive index at low temperature few therefore. Moreover, since such matter has high reactivity, it is advantageous to the reaction in low temperature.

[0032] Although 1.7 or more refractive indexes are required in order that light may carry out incidence of this junction layer aslant, in the case of the material of this example, it is possible to obtain 1.7 or more refractive indexes by heating of 200 degrees C or more. In addition, it is effective in the plane of composition of LN to make an antireflection film form if needed.

[0033] According to this example, while the total reflection of an incident light does not happen in a junction layer, performance change of degradation and others is not caused by environmental variations, such as temperature and humidity. LN Wollaston prism which was extremely excellent in a performance and endurance by this can be obtained.

[0034]

[Example 4] In this example, using the prism 1 and 2 made from LiTaO₃ (product made from LT), vacuum deposition of the polarization film 3 is carried out to field 1a of prism 1 with the composition of Table 1, and the layer which makes Ta 2O₅ a principal component is formed in a junction layer. In addition, in the case of this example, the antireflection film 6 is not formed in the field of the fields 1b and 2a of prism 1 and 2 in an antireflection film 4 and the field 6 of prism 2.

[0035] The "ATORON NTa-750" (product made from Nippon Soda KK) solution which consists of a Ta alkoxide to field

2a of the prism 2 made from LT as the manufacture method of the Wollaston prism in this case is dropped at optimum dose, and field 1b of the prism 1 made from LT is laid on top of the field. Next, the temperature up of the whole prism is carried out over 8 hours from 100 degrees C to 400 degrees C, and it is annealed to a room temperature over 16 hours for 50-degree-C 30 minutes for room temperature 30 minutes after that. Thereby, it is Ta 2O5 about the principal component of the junction layer 5. The formed Wollaston prism is completed.

[0036] If the chemical reaction by heating of the junction layer 5 in the aforementioned manufacturing process is explained, the polymerization of it will be carried out and Ta alkoxide will generate Ta 2O5 while understanding it an added water part by an application and heating. Although heating temperature turns into 90% or more of purity in this chemical reaction in the range which is 500 degrees C - 800 degrees C, since the organic substance remains at low temperature from it, purity becomes low. This becomes the junction layer of a low refractive index from Ta 2O5.

[0037] Although 1.7 or more refractive indexes are required in order that light may carry out incidence of this junction layer aslant, in the case of the material of this example, it is possible to obtain 1.7 or more refractive indexes by heating of 300 degrees C or more. In addition, in this example, since the same Ta as cement is contained in prism, the adhesion force increases more.

[0038] According to this example, while the total reflection of an incident light does not happen in a junction layer, performance change of degradation and others is not caused by environmental variations, such as temperature and humidity. LN Wollaston prism which was extremely excellent in a performance and endurance by this can be obtained.

[0039]

[Example 5] In this example, using the prism 1 and 2 made from LiNbO₃ (product made from LN), vacuum deposition of the antireflection film 6 is carried out [the polarization film 3] for an antireflection film 4 to field 2a of prism 2 with the composition of Tables 1, 2, and 3 in the fields 1b and 2a of prism 1 and 2, and the layer which makes ZrO₂ a principal component at a junction layer is formed in field 1a of prism 1.

[0040] "ATORON NZr" (product made from Nippon Soda KK) solution which consists of a Zr alkoxide as the manufacture method of the Wollaston prism in this case to field 2a of the prism 2 made from LN in which the antireflection film 4 was formed is dropped at optimum dose, and field 1b of the prism 1 made from LN is laid on top of the field. Next, the temperature up of the whole prism is carried out over 10 hours from 100 degrees C to 500 degrees C, and it is annealed to a room temperature over 16 hours for 50-degree-C 3 hours for room temperature 30 minutes after that. Thereby, the principal component of the junction layer 5 is ZrO₂. The formed Wollaston prism is completed.

[0041] If the chemical reaction by heating of the junction layer 5 in the aforementioned manufacturing process is explained, the polymerization of it will be carried out and Zr alkoxide will generate ZrO₂ while understanding it an added water part by an application and heating. Although heating temperature turns into 90% or more of purity in this chemical reaction in the range which is 500 degrees C - 800 degrees C, since the organic substance remains at low temperature from it, purity becomes low. This becomes the junction layer of a low refractive index from ZrO₂.

[0042] Although 1.7 or more refractive indexes are required in order that light may carry out incidence aslant, since the refractive index of ZrO₂ is about 2.0, heating of 400 degrees C or more is required for this junction layer. In addition, although the antireflection film 4 is made to form in the plane of composition of LN in this example, as for this, constructing if needed is also effective.

[0043] According to this example, while the total reflection of an incident light does not happen in a junction layer, performance change of degradation and others is not caused by environmental variations, such as temperature and humidity. LN Wollaston prism which was extremely excellent in a performance and endurance by this can be obtained.

[0044]

[Example 6] In this example, using the prism 1 and 2 made from LiNbO₃ (product made from LN), vacuum deposition of the antireflection film 6 is carried out [the polarization film 3] for an antireflection film 4 to field 2a of prism 2 with the composition of Tables 1, 2, and 3 in the fields 1b and 2a of prism 1 and 2, and the layer which makes Si₃N₄ a principal component at a junction layer is formed in field 1a of prism 1.

[0045] The "PHP-2" (KK TONEN make) solution which consists of ** RUHIDORO polysilazane as the manufacture method of the Wollaston prism in this case to field 2a of the prism 2 made from LN in which the antireflection film 4 was formed is dropped at optimum dose, and field 1b of the prism 1 made from LN is laid on top of the field. Next, the temperature up of the whole prism is carried out over 10 hours from 100 degrees C to 400 degrees C, and it is annealed to a room temperature over 16 hours for 50-degree-C 3 hours for room temperature 30 minutes after that. The Wollaston prism which the principal component of the junction layer 5 formed by Si₃N₄ by this is completed.

[0046] If the chemical reaction by heating of the junction layer 5 in the aforementioned manufacturing process is explained, polymerization mineralization will progress by an application and heating and a silazane will generate Si₃N₄ (silicon nitride) in SiO₂ and nitrogen-gas-atmosphere mind in oxygen atmosphere. At this example, since it was necessary to generate a silicon nitride with a high refractive index, it heated by nitrogen-gas-atmosphere mind.

[0047] According to this example, while the total reflection of an incident light does not happen in a junction layer, performance change of degradation and others is not caused by environmental variations, such as temperature and

humidity. LN Wollaston prism which was extremely excellent in a performance and endurance by this can be obtained.
[0048]

[Examples 7 and 8] In this example, using the prism 1 and 2 made from LiNbO₃ (product made from LN), vacuum deposition of the antireflection film 6 is carried out [the polarization film 3] for an antireflection film 4 to field 2a of prism 2 with the composition of Tables 1, 2, and 3 in the fields 1b and 2a of prism 1 and 2, and the layer which makes a principal component ZnS (zinc sulfide) or SbO (antimony oxide) at a junction layer is formed in field 1a of prism 1.

[0049] As the manufacture method of the Wollaston prism in this case, ZnS or SbO is laid between prism 1 and 2 in the state of a film or fine particles to field 2a of the prism 2 made from LN in which the antireflection film 4 was formed, it heats to the melting point of ZnS or SbO, and prism 1 and 2 is made to weld. In addition, this ZnS or SbO can take how the melting point will come by the low's extremely compared with the curie point (about 1100 degrees C) of LN. If it is an inorganic compound with a high refractive index with the material below the curie point of the prism with which the melting point also uses other materials among LN and LT, it cannot be overemphasized that there is the same operation. As such matter, there are SnO₂ (about 600 degrees C of melting points, refractive index 2.0), other MoO₃ (about 800 degrees C of melting points, refractive index 1.9), etc.

[0050] In this case, since a gamone does not cause the contraction accompanying a reaction or desorption of the organic substance and the organic substance is not included, it can be said that stability and endurance are high. In addition, it cannot be overemphasized that it is possible to mix to the grade which matter is not mixed above, or the melting point does not become high too much about other matter, does not spoil stability, and does not lower a refractive index too much.

[0051] According to this example, while the total reflection of an incident light does not happen in a junction layer, performance change of degradation and others is not caused by environmental variations, such as temperature and humidity. LN Wollaston prism which was extremely excellent in a performance and endurance by this can be obtained.

[0052]

[Effect of the Invention] Since according to this invention the matter of a high refractive index was used for the junction layer of the prism using the high refractive-index crystal and the junction layer is stable while not causing total reflection of an incident light in a junction layer, performance change of degradation and others is not caused by environmental variations, such as temperature and humidity. LN or LT Wollaston prism which was extremely excellent in a performance and endurance by this can be obtained.

[0053] In the manufacture method of a Wollaston prism, the junction layer as for which it is a high refractive index at possible hatchet low temperature forming a junction layer by using a metal organic compound as a raw material and which was stabilized to environmental variations, such as temperature and humidity, can be obtained.

[Translation done.]